

PAT-NO: JP02002012470A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2002012470 A

TITLE: HIGH PURITY ALUMINA SINTERED BODY,  
HIGH PURITY ALUMINA BALL, JIG FOR SEMICONDUCTOR,  
INSULATOR, BALL BEARING,  
CHECK VALVE AND METHOD OF  
MANUFACTURING HIGH PURITY  
ALUMINA SINTERED COMPACT

PUBN-DATE: January 15, 2002

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
NIWA, TOMONORI	N/A
YOGO, TETSUJI	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
NGK SPARK PLUG CO LTD	N/A

APPL-NO: JP2000188967

APPL-DATE: June 23, 2000

INT-CL (IPC): C04B035/10, C04B035/111 , F16C033/32 ,  
H01B017/00

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a sintered compact and a ball of a high purity alumina with corrosion resistance, their manufacturing method and corrosion resistant high purity alumina parts such as a ball bearing, a jig for a semiconductor, a check valve and an insulator.

SOLUTION: The high purity alumina sintered compact whose

purity, relative  
density and etching loss of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and NaOH in JIS:R1614 are  
≥ 99.9 wt.%,  
≥ 97% and ≤ 100 × 10<sup>-4</sup>/m<sup>2</sup>, respectively, is  
manufactured by firing the  
alumina powder whose purity and total amount of the  
impurity metals which are  
Si, Mg, Fe and alkali metals including Na, K and Li  
component are ≥ 99.9 wt.%  
and < 100 ppm, respectively.

COPYRIGHT: (C) 2002, JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-12470

(P2002-12470A)

(43) 公開日 平成14年1月15日 (2002.1.15)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テマコード<sup>\*</sup>(参考)

C 0 4 B 35/10

F 1 6 C 33/32

3 J 1 0 1

35/111

H 0 1 B 17/00

Z 4 G 0 3 0

F 1 6 C 33/32

C 0 4 B 35/10

E 5 G 3 3 1

H 0 1 B 17/00

D

審査請求 未請求 請求項の数14 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号

特願2000-188967(P2000-188967)

(71) 出願人 000004547

日本特殊陶業株式会社

愛知県名古屋市長区瑞穂区高辻町14番18号

(22) 出願日

平成12年6月23日(2000.6.23)

(72) 発明者 丹羽 倫規

愛知県名古屋市長区瑞穂区高辻町14番18号 日

本特殊陶業株式会社内

(72) 発明者 余語 哲爾

愛知県名古屋市長区瑞穂区高辻町14番18号 日

本特殊陶業株式会社内

(74) 代理人 100095751

弁理士 菅原 正倫

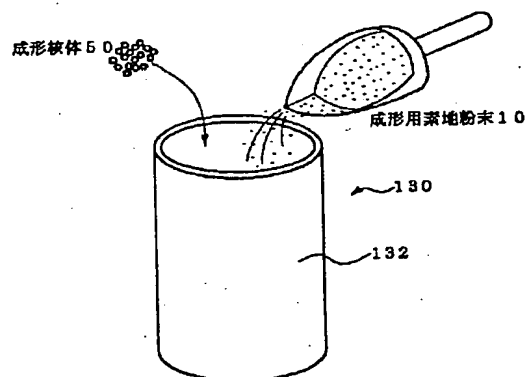
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高純度アルミナ焼結体、高純度アルミナボール、半導体用治具、絶縁碍子、ボールベアリング、チェックバルブ及び高純度アルミナ焼結体の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 耐食性に優れた高純度アルミナ焼結体、アルミナボールとその製造方法、さらにそれを用いた耐食性用途に使用される高純度アルミナ部品、即ち、ボールベアリング、半導体用治具、チェックバルブ及び絶縁碍子等を提供する。

【解決手段】 本発明の高純度アルミナ焼結体は、純度が99.9重量%以上であって、相対密度が97%以上であり、JIS: R1614のH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>とNaOHの腐食減量が100×10<sup>-4</sup>/m<sup>2</sup>以下である。純度が99.9重量%以上であって、かつ不純物成分として、Si成分、Mg成分、Fe成分、並びにNa成分、K成分、及びLi成分を含むアルカリ金属成分が合計で100ppm未満であるアルミナ粉末を焼成することにより高純度のアルミナ焼結体を得ることができた。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 アルミナ純度が99.9質量%以上であって、かつ相対密度が97%以上であり、かつ、JIS: R1614に規定された $H_2SO_4$ 及び $NaOH$ による腐食減量が、いずれも $100 \times 10^{-4} \text{ kg/m}^2$ 以下であることを特徴とする高純度アルミナ焼結体。

【請求項2】 不純物成分として、Si成分、Mg成分、Fe成分、並びにNa成分、K成分及びLi成分を含むアルカリ金属成分が合計で100ppm未満である請求項1記載の高純度アルミナ焼結体。

【請求項3】 アルミナ純度が99.9質量%以上であって、かつ相対密度が97%以上であり、かつ、不純物成分として、Si成分、Mg成分、Fe成分、並びにNa成分、K成分及びLi成分を含むアルカリ金属成分が合計で100ppm未満であることを特徴とする高純度アルミナ焼結体。

【請求項4】 不純物成分として、アルカリ金属成分が合計で30ppm以下である請求項2又は3に記載の高純度アルミナ焼結体。

【請求項5】 請求項1ないし4のいずれかに記載の高純度アルミナ焼結体からなる高純度アルミナボール。

【請求項6】 ベ어링用セラミックボールとして構成された請求項5記載の高純度アルミナボール。

【請求項7】 チェックバルブ用セラミックボールとして構成された請求項5記載の高純度アルミナボール。

【請求項8】 請求項1ないし4のいずれかに記載の高純度アルミナ焼結体にて構成されたことを特徴とする半導体用治具。

【請求項9】 請求項1ないし4のいずれかに記載の高純度アルミナ焼結体にて構成されたことを特徴とする絶縁碍子。

【請求項10】 内輪と外輪との間にベ어링転動体として、請求項6記載の高純度アルミナボールが複数個組み込まれたことを特徴とするボールベ어링。

【請求項11】 流体通路が形成されたバルブ本体と、その流体通路内において、流体の一方向の流動を許容し逆方向の流動を阻止するように配置されたボールとを備え、該ボールが、請求項7記載の高純度アルミナボールにて構成されたことを特徴とするチェックバルブ。

【請求項12】 アルミナ純度が99.9質量%以上である高純度アルミナ粉末を、相対密度が61%以上となるように成形後、焼成することにより、純度が99.9質量%以上であって、かつ相対密度が97%以上である高純度アルミナ焼結体を得ることを特徴とする高純度アルミナ焼結体の製造方法。

【請求項13】 前記高純度アルミナ粉末は、不純物成分として、Si成分、Mg成分、Fe成分、並びにNa成分、K成分及びLi成分を含むアルカリ金属成分が合計で100ppm未満であるものが使用される請求項12記載の高純度アルミナ焼結体の製造方法。

【請求項14】 前記高純度アルミナ粉末を用いて調整された成形用素地粉末を造粒容器内に入れ、該容器内にて前記アルミナ粉末の凝集物を転がしながらこれを球状に成長させることにより、相対密度が61%以上の球状成形体を得る転動造粒成形工程と、その球状成形体を焼成することにより前記高純度アルミナ焼結体としての高純度アルミナボールを得る焼成工程と、を含む請求項12又は13に記載の高純度アルミナ焼結体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 10 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高純度アルミナ焼結体、アルミナボールとその製造方法、及び耐食性用途に使用される高純度アルミナ部品に関する。

## 【0002】

【従来の技術】アルミナは金属製のボールと比較して耐食性に優れていることから、様々な工業用部品として有用に使用されている。例えば、ICやLSIの製造装置等の半導体処理装置において、ウェハ基板を支持するためにセラミック製の治具が使用されている。この場合、装置内においてウェハ基板は高温で処理されるため、治具は高温耐食性に優れたアルミナ系セラミック焼結体製のものを使用されている。また、例えば半導体製造装置の回転駆動部に適用されるボールベ어링には、耐食性の要求を満たすために、転動体としてアルミナセラミックボールを使用したものがある。

【0003】他方、流体の流路上に設けられて一方向の流体の流通は許容し、逆方向の流通は阻止するチェックバルブの分野においても、ビンや缶などに飲料を充填する設備や、ウォータージェットルームの繰入れ用のランジャポンプなど、高速高頻度で作動するものについては、セラミックボールが弁体として使用されている。このようなチェックバルブ用セラミックボールにおいては、様々な性質の流体に暴露されるため、優れた耐食性が要求される。

【0004】さらに、絶縁碍子においては、気象条件や経過地の汚損条件、例えば雨水や汚染大気等に長期間さらされるような過酷な条件下においても十分な絶縁性を確保するために、高耐食性のアルミナ製磁器が求められている。

## 40 【0005】

【発明が解決しようとする課題】従来のアルミナ系セラミックは、一般に、アルミナ原料粉末に1～数質量%程度の焼結助剤を添加して焼結することにより製造されている。焼結助剤は一種の媒融剤であって、焼結時に液相を生じさせ、アルミナ粒子の再配列により焼結体を緻密化させる働きをなす。従来は、緻密なアルミナ焼結体を得るために、最低でも1～2質量%程度の焼結助剤を添加することが一般化しているが、焼結助剤として用いられる $SiO_2$ や $MgO$ あるいはアルカリ金属酸化物などは、焼結後は粒界相に偏在する形となるため、粒界腐食

による耐食性低下が避けがたい欠点がある。

【0006】他方、電気炉融解あるいはロータリーキルンにより、アルミナ融点近傍である2000℃程度で焼結することにより、焼結助剤量を低減してアルミナ含有率を99～99.5質量%程度まで高めた、高純度アルミナ焼結体と称されるものが市販されている。しかし、これには次のような欠点がある。

①半導体製造用部品などの特に厳しい耐食性が要求される用途においては、確保される耐食性レベルが必ずしも十分とはいえず、特にエッチングや気相成長あるいはドーパント拡散など、強い酸やアルカリに対する耐腐食性能が不足しがちである。

②溶融法やロータリーキルン焼結法では、融点付近での高温焼結を行なうため材料の変形等が生じやすく、形状自由度に制限がある。また、加工代が大きくなり、コストの高騰を招く。さらに、高温焼結のため粒成長が生じやすく、高純度の割には強度や靱性が不足しやすい。

③寸法精度を高めるために金型プレス後焼結する製法を採用することもできるが、そのためには、変形等を生じにくくするため、ある程度低温で焼結せざるをえなくなる。低温で焼結体の密度を高めるためには、成形体密度を可及的に高くすることが重要であるが、金型プレス法では成形体の高密度化に限界があり、気孔率の高い焼結体しか得られない欠点がある。また、金型プレス法は能率が悪く、特にベアリングボール等の高精度の球状焼結体を大量に製造したい場合においては、製造コストの高騰が避けがたくなる。また、成形体密度が不均一化しやすいこともあって、歩留まり低下も招きやすい。

【0007】本発明の課題は、耐食性に優れた高純度アルミナ焼結体、アルミナボールとその製造方法、さらにそれを用いた耐食性用途に使用される高純度アルミナ部品、即ち、ボールベアリング、半導体用治具、チェックバルブ及び絶縁碍子等を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段及び作用・効果】上記の課題を解決するために本発明の高純度アルミナ焼結体の第一は、アルミナ純度が99.9質量%以上であって、かつ相対密度が97%以上であり、かつ、JIS: R1614に規定された $H_2SO_4$ 及び $NaOH$ による腐食減量が、いずれも $100 \times 10^{-4} \text{ kg/m}^2$ 以下であることを特徴とする。

【0009】本発明者らは、従来の高純度アルミナ焼結体の耐食性が必ずしも十分でない問題に鑑みて鋭意検討を重ねた結果、アルミナ焼結体のアルミナ純度(含有量レベル)をさらに1桁近く高い、99.9質量%以上に高めることにより、焼結体の耐食性、特に酸やアルカリに対する耐腐食性を飛躍的に改善できることを見出して、本発明を完成するに至った。具体的には、その耐腐食性のレベルは、上記JISに示された腐食減量にて $100 \times 10^{-4} \text{ kg/m}^2$ 以下に低減することができ

る。なお、各種の焼結体部品としての適用を図る上での強度や靱性を確保するために、本発明においては、焼結体の相対密度を97%以上に高めることを必須の要件としている。

【0010】なお、前記JISにおいては、腐食減量測定を行なうに際して一定形状及び寸法の試験片を採用する旨が規定されているが、本明細書においては、寸法上の制約にて焼結体から該試験片を取り出すことが不能の場合は、焼結体をそのまま試験腐食液に浸漬する点を除いて他は上記JISに準じて試験を行い、焼結体の重量減少量を試験前の焼結体表面積にて除した値にて腐食減量を算出するものとする。

【0011】また、本発明の、高純度アルミナ焼結体の第二の構成は、アルミナ純度が99.9質量%以上であって、かつ相対密度が97%以上であり、かつ、不純物成分として、Si成分、Mg成分、Fe成分、並びにNa成分、K成分及びLi成分を含むアルカリ金属成分が合計で100ppm未満であることを特徴とする。本発明者らがさらに検討を行った結果によると、不純物成分のうち、特に、Si成分、Mg成分、Fe成分、並びにNa成分、K成分、及びLi成分を含むアルカリ金属成分の含有量により、酸やアルカリに対する腐食挙動が鋭敏に変化することがわかった。そして、これら不純物の合計含有量を特定レベル、具体的には100ppm未満とすることで、焼結体の耐腐食性を一層良好なものとすることが判明した。なお、当該第二の構成は、当然に第一の構成と組み合わせることができる。

【0012】なお、上記第一及び第二の構成において、アルミナ純度はより望ましくは99.95質量%以上であるのがよい。

【0013】上記本発明の高純度アルミナ焼結体は、既存の高純度アルミナ焼結体よりもはるかに高いアルミナ純度を有していることから、原料として使用するアルミナ粉末も、当然に高純度のもの、具体的には、99.9質量%以上の純度のものを使用することが必要である。より好ましくは、アルミナ純度は、99.95質量%以上であるのがよい。

【0014】なお、より好ましくは、アルミナ粉末の純度は99.95質量%以上であるのがよい。また、不純物成分として、Si成分、Mg成分、Fe成分、並びにNa成分、K成分、及びLi成分を含むアルカリ金属成分は、が合計で50ppm未満であることがより好ましい。特に、アルカリ金属成分、即ち、Na成分、K成分及びLi成分が合計で30ppm未満であることが、得られるアルミナ焼結体の耐食性及び絶縁性向上の観点から好ましい。

【0015】次に、本発明の高純度アルミナ焼結体は、相対密度が97%以上の緻密な焼結体であることが必須であるが、この場合、焼結体の緻密化を促進するための手段として、焼結助剤を過度に使用することは純度の低

下に直結するため、採用することができない。また、焼結体の変形や異常粒成長を抑制するためには、融点近傍での高温焼結もあり望ましくない。従って、比較的低温での焼結で緻密化を達成することが不可欠となる。

【0016】本発明者らは、鋭意検討の結果、粉末成形体の密度をできるだけ高めてその不均一の幅を小さくすることが重要であり、密度不均一の少ない成形体を得るための具体的な条件として、成形体を相対密度の値にて61%以上に高くすることが有効であることを見出した。そして、成形体の相対密度を61%以上に高めることにより、比較的低温（例えば、1400～1700℃、望ましくは1500～1600℃）で焼結を行っても、焼結助剤をほとんど含有しない焼結体の相対密度を97%以上に高めることに成功した。

【0017】また、アルミナ粉末としては、BET比表面積値が7～12 m<sup>2</sup>/gであるものを使用することが好ましい。BET比表面積値は吸着法により測定され、具体的には、粉末表面に吸着するガスの吸着量から比表面積値を求めることができる。一般には、測定ガスの圧力と吸着量との関係を示す吸着曲線を測定し、多分子吸着に関する公知のBET式（発案者であるBrunauer、Emett、Tellerの頭文字を集めたもの）をこれに適用して、単分子層が完成されたときの吸着量 $v_m$ を求め、その吸着量 $v_m$ から算出されるBET比表面積値が用いられる。ただし、近似的に略同等の結果が得られる場合は、BET式を使用しない簡便な方法、例えば吸着曲線から単分子層吸着量 $v_m$ を直読する方法を採用してもよい。例えば、ガス圧に吸着量が略比例する区間が吸着曲線に現われる場合は、その区間の低圧側の端点に対応する吸着量を $v_m$ として読み取る方法がある（The Journal of American Chemical Society、57巻（1935年）1754頁に掲載の、BrunauerとEmettの論文を参照）。いずれにしても、吸着法による比表面積値測定においては、吸着する気体分子は二次粒子中にも浸透して、これを構成する個々の一次粒子の表面を覆うので、結果として比表面積値は、一次粒子の比表面積、ひいては図11の一次粒子径 $d$ の平均値を反映したものとなる。

【0018】そして、上記のアルミナ粉末は、粒子同士の緻密化が十分に促進され、高密度化が図れるように、一次粒子径を反映したBET比表面積値を7～11 m<sup>2</sup>/gとある程度小さく設定することが好ましい。なお、アルミナ粉末のBET比表面積値が7 m<sup>2</sup>/g未満になると、一次粒子径が粗大化し過ぎて、焼結体の高密度化に支障をきたす恐れがある。他方、BET比表面積値が11 m<sup>2</sup>/gを超えると異常粒成長を起こしやすくなり、焼結体の強度低下につながる場合がある。また、極端にBET比表面積値の大きい微粒のアルミナ粉末は原料製造コストの高騰を招く。なお、アルミナ粉末のBET比表面積値は、望ましくは9～11 m<sup>2</sup>/gとするのがよい。

【0019】例えば、上記のような原料アルミナ粉末を使用することにより、焼結体の相対密度を61%以上に高めて、温度1400～1700℃で焼成を行えば、焼結体の平均結晶粒径を2～5 μmとすることができ、平均結晶粒径が5 μmを超えると焼結体の強度不足につながる。また、焼結体の緻密化を促進するためには、焼成温度として1400℃以上を採用する必要があるが、この場合、不可避的に生ずる結晶粒成長のために、平均結晶粒径を2 μm未満とすることは事実上不可能である。他方、相対密度97%以上に緻密化した焼結体の強度をさらに高める観点においては、焼結体断面組織に観察される寸法1 μm以上の欠陥（空隙）の、視野面積50×50 μm当たりの存在個数が1000個未満であり、該欠陥の累積面積率が20%以下、望ましくは10%以下であるのがよい。なお、結晶粒子あるいは欠陥の寸法（径）は、図15に示すように、SEM等により観察した研磨面組織上において結晶粒子あるいは欠陥に対し、それらの内部を横切らない外接平行線を、該結晶粒子あるいは欠陥との位置関係を変えながら各種引いたときに、その平行線の最小間隔 $d_{min}$ と、最大間隔 $d_{max}$ との平均値（すなわち、 $d = (d_{min} + d_{max}) / 2$ ）にて表すものとする。

【0020】次に、成形性を考慮した場合には、原料アルミナ粉末として以下のようなものを使用するとさらに効果的である。すなわち、レーザー回折式粒度計にて測定された90%粒子径を1～3 μm、50%粒子径を0.5～0.9 μm、10%粒子径を0.2～0.4 μmとする。本明細書では、粒子の小粒径側からの相対累積度数は、図12に示すように、評価対象となる粒子を粒径の大小順に配列し、その配列上にて小粒径側から粒子の度数を計数したときに、着目している粒径までの累積度数を $N_c$ 、評価対象となる粒子の総度数を $N_0$ として、 $nrc = (N_c / N_0) \times 100 (\%)$ にて表される相対度数 $nrc$ をいう。そして、X%粒子径とは、前記した配列において $nrc = X (\%)$ に対応する粒径をいう。例えば、90%粒子径とは、 $nrc = 90 (\%)$ に対応する粒径をいう。

【0021】純度並びにレーザー回折式粒度計にて測定した平均粒子径及び90%、50%、10%粒子径が上記の範囲に属し、かつBET比表面積値が上記範囲となるアルミナ粉末を使用することにより、粉末の偏り等による密度不均一や不連続境界部などの欠陥が生じにくく、結果として密度を高め、純度の高い焼結体を得やすくなる。レーザー回折式粒度計の測定原理は公知であるが、簡単に説明すれば、試料粉末に対しレーザー光を照射し、粉末粒子による回折光をフォトディテクタにより検出するとともに、その検出情報から求められる回折光の散乱角度と強度とから粒径を知ることができる。

【0022】ここで、高純度アルミナ粉末からなるアルミナ粉末は、図11に模式的に示すように、添加された

有機結合材の働きや静電気力の作用など種々の要因により、複数の一次粒子が凝集して二次粒子を形成していることが多い。この場合、レーザー回折式粒度計による測定では、入射レーザー光の凝集粒子による回折挙動と孤立した一次粒子による回折挙動とで大きな差異を生じないため、測定された粒径が、一次粒子単体で存在するものの粒径なのか、あるいはこれが凝集した二次粒子の粒径なのか互いに区別されない。すなわち、該方法で測定した粒子径は、図11における二次粒子径Dを反映した値となる（この場合、凝集を起こしていない孤立した一次粒子も広義の二次粒子とみなす）。また、これに基づいて算出される90%、50%、10%粒子径とは、いづれも二次粒子の90%、50%、10%粒子径の値を反映したものである。

【0023】そして、二次粒子径を反映したレーザー回折式粒度計による90%、50%、10%粒子径を、それぞれ、1~3 $\mu$ m、0.5~0.9 $\mu$ m、0.2~0.4 $\mu$ mと、小さな値に設定していることが好ましい。これは、アルミナ粉末における二次粒子としての凝集状態については局所的な粒子充填の粗密をなるべく解消することを意味し、このような粒子径の範囲を採用することにより、アルミナ粒子の密度を高めることが容易となるのである。

【0024】なお、アルミナ粉末の上記90%、50%、10%粒子径がそれぞれ、5 $\mu$ m、2 $\mu$ m、0.6 $\mu$ mを超えると、粉末の偏り等が生じやすくなり、アルミナ粒子の密度を低くする恐れがある。他方、上記90%、50%、10%粒子径がそれぞれ、1 $\mu$ m、0.5 $\mu$ m、0.2 $\mu$ m未満の微粉末は、調製（例えば粉碎時間）に相当の長時間を要するので、製造能力低下によるコスト高を招く。

【0025】次に、相対密度が61%以上である高密度な成形体を製造する場合、金型プレス法を採用するときは、その後、冷間静水圧プレス（CIP）等によりさらに成形体の高密度化及び均質化を図ることが重要である。そして、このような球状成形体を焼成することにより、従来不可能であった高純度のアルミナ粉末を焼成することができ、この結果、高純度のアルミナ焼結体あるいはアルミナボールを得ることができる。また、球状の成形体に限っては、下記のような転動造粒法を採用すれば高密度の球状成形体を極めて能率的に製造することができる。さらに、転動造粒法によれば、プレス成形のように成形体に帯状の不要部分も発生しないので、研磨代増大の問題も回避できる利点もあわせて生ずる。

【0026】すなわち、該方法は、高純度アルミナ粉末を用いて調整された成形用素地粉末を造粒容器内に入れ、該容器内にてアルミナ粉末の凝集物を転がしながらこれを球状に成長させることにより、相対密度が61%以上の球状成形体を得る転動造粒成形工程と、その球状成形体を焼成することにより高純度アルミナ焼結体とし

ての高純度アルミナボールを得る焼成工程と、を含む。

【0027】以下、転動造粒成形工程の望ましい態様について説明する。転動造粒により成形途中の成形体には、液状成形媒体を主体とする液体を供給しつつ、これにアルミナ粉末を付着させることにより球状成形体を得るようにする手法を採用することが、成形体の一層の高密度化を図る上で有効である。液状成形媒体は、具体的には水あるいは水に適宜添加物を配合した水溶液などの、水系溶媒を使用することができるが、これに限られるものではなく、例えば有機溶媒を使用してもよい。該方法によれば、成形体の表面に存在する凹凸部分に液状成形媒体とアルミナ粉末とが付着したときに、その液状成形媒体の浸透圧によって粉末粒子が密に再配列しながら付着するので、成形体の密度を上昇させることができると考えられる。なお、このような効果を高めるには、成形体に液状成形媒体を直接吹きかけることが望ましい。また、液状成形媒体を吹きかける工程は、成形工程（例えば転動造粒工程）の全期間にわたって行なうようにしてもよいし、成形工程の一部期間（例えば最終段階のみ）にのみ行なうようにしてもよい。また、液状成形媒体は連続的に供給しても断続的に供給してもいずれでもよい。

【0028】なお、転動造粒においては、造粒容器内にアルミナ粉末と成形核体とを投入し、造粒容器内にて成形核体を転がしながら、該成形核体の周囲にアルミナ粉末を球状に付着・凝集させて球状成形体を得ようにすることが望ましい。すなわち、造粒容器内にて、例えばアルミナ粉末層の上で成形核体を転がしながら、該成形核体の周囲にアルミナ粉末を球状に付着・凝集させて球状成形体を得ようにすることで、成形核体の周囲に成長するアルミナ粉末の凝集層の密度を格段に高めることができる上、形成される凝集層には粉末粒子のブリッジング等によるボアや、クラックといった欠陥も少なくなる。なお、成形核体（あるいは成長中の成形体）を造粒容器内で転がす方法としては、造粒容器を回転させる方法が簡便であるが、例えば振動式バレル研磨装置と類似の原理により、造粒容器に振動を加え、その振動に基づいて成形核体を転がすようにしてもよい。

【0029】この場合、焼成により得られるアルミナボールは、略中心を通る断面において、その中心部に、外層部と識別可能な核部が形成されたものとなる。ここでいう「識別可能」とは、単に視覚的に識別可能であることのみを意味するものではなく、核部と外層部との間に差異を生じている特定の物性値（例えば密度や硬さなど）の測定により、識別を行なう場合をも含む。

【0030】成形体の焼成方法としては、常圧焼結法、ホットプレス法、熱間静水圧プレス（HIP）法等を採用できる。また、常圧焼結法により予備焼成して、さらに熱間静水圧プレスを施すなど、上記の方法のいくつかを組み合わせても可能である。焼成温度は、1400

～1700℃、望ましくは1500～1600℃の範囲で設定することができる。上記の転動造粒法により相対密度を61%以上に高めた成形体を上記の条件で焼成することにより、球状成形体であるにもかかわらず、焼結後のボールは、その表層部領域の最大空隙寸法を10μm以下とすることができる。また、HIP法では、焼成を100～2000気圧の不活性ガス雰囲気中に行なうことができる。HIP法を採用すると、最大空隙寸法をより小さい5μm以下程度、さらには3μm以下程度にまで小さくすることができる。

【0031】このような高純度アルミナ粉末を用いて焼結させた本発明の高純度アルミナ焼結体は、腐食条件下に使用される高純度アルミナ部品、即ち、半導体用治具、ボールベアリング用のボール、チェックバルブ用のボールあるいは絶縁碍子等に有用に使用することが可能となる。

【0032】例えば、内輪と外輪との間に、ベアリング転動体として本発明の高純度アルミナボールを複数個組み込むことによりボールベアリングを構成できる。このようなボールベアリングは、例えば、半導体製造装置の駆動部の軸受部品等として好適に使用できる。内輪と外輪とは、例えば高炭素クロム軸受鋼（例えばJISに規定されたSUJ1、SUJ2あるいはSUJ3など）など、Ni含有量が3質量%以下（0質量%を含む）の鋼材で構成できる。

【0033】また、本発明の高純度アルミナボールを用いてチェックバルブを構成することもできる。具体的には、流体通路が形成されたバルブ本体と、その流体通路内において、流体の一方方向の流動を許容し逆方向の流動を阻止するように配置されたボールとを備え、該ボールが、上記の本発明の高純度アルミナボールとして構成される。高純度アルミナボールを使用することで、ボールの耐食性が向上し、ひいては長寿命のチェックバルブが実現される。

【0034】さらに、本発明の高純度アルミナ焼結体を用いて、半導体用治具を構成することもできる。具体的な構成の一つとしては、偏平筒状に構成されてその一方の端面にウェハ基板を装着するためのウェハ装着凹部を有するとともに、他方の端面に位置決め凹部が形成され、さらにそれら端面が互いにほぼ平行となるように当該端面に研削加工が施された高純度アルミナ焼結体部品を例示することができる。この高純度アルミナ焼結体部品は、例えばシリコンウェハ基板等のウェハ基板にICやLSI等を拡散処理により作り込む際に、その処理装置内においてウェハ基板を保持するための治具として使用されるものである。この場合、治具がウェハ基板とともに配置される処理装置内は拡散処理時には高温かつ腐食性の雰囲気気形成成されることから、治具もそれに対応できるだけの強度及び耐食性を備えていなければならない。上記高純度アルミナ焼結体部品は、そのような要求

に十分対応可能である。

【0035】また、本発明の高純度アルミナ焼結体は、種々の絶縁碍子、例えば、クレビス型懸垂碍子、長幹碍子、ラインポスト碍子等に適用することができる。いずれの絶縁碍子においても、純気象条件や経過地の汚損条件等の過酷な条件下に暴露されても、本発明の高純度アルミナ焼結体を適用することで、耐食性が向上し、よって寿命が向上される。

【0036】

10 【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を、まず、ベアリング用セラミックボールとしての適用を図る場合を例にとって説明する。まず、ボールの原料となるのは、(A)純度99.99%であって、90%粒子径が1.96μm、50%粒子径が0.68μm、10%粒子径が0.32μm、BET比表面積値が11.0である高純度アルミナ粉末、及び、(B)純度99.9%であって、90%粒子径が2.53μm、50%粒子径が0.80μm、10%粒子径が0.36μm、BET比表面積値が7.0である高純度アルミナ粉末である。尚、(A)、(B)アルミナ粉末ともに、不純物成分として、Si成分は10ppm未満、Na成分は5ppm未満、Mg成分は1ppm未満、Fe成分は8ppm未満である。

30 【0037】これらのアルミナ粉末10はそれぞれ、転動造粒成形法により球状に成形することができる。すなわち、図1に示すように、アルミナ粉末10を造粒容器132内に投入し、図2に示すように、その造粒容器132を一定の周速にて回転駆動する。なお、造粒容器132内のアルミナ粉末10には、例えばスプレー噴霧等により水分Wを供給する。図5に示すように、投入されたアルミナ粉末は、回転する造粒容器内に形成される傾斜した粉末層10kの上を転がりながら球状に凝集して成形体80となる。転動造粒装置30の運転条件は、得られる成形体Gの相対密度が61%以上となるように調整される。具体的には、造粒容器132の回転速度は10～200rpmにて調整され、水分供給量は、最終的に得られる成形体中の含水率が10～20質量%となるように調整される。前記した種類の焼結助剤粉末を1～10質量%の範囲内にて配合したアルミナ粉末を使用すれば、上記の条件により、成形体の相対密度を61%以上

40 50 上に確保できる。  
【0038】転動造粒を行なうに際しては、成形体成長を促すため、図1に示すように、成形核体50を造粒容器132内に投入しておくことが望ましい。こうすれば、図5(a)に示すように、成形核体50がアルミナ粉末層10k上を転がりながら、同図(b)に示すように、該成形核体50の周囲にアルミナ粉末10が球状に付着・凝集して球状成形体80となる（転動造粒工程）。この成形体80を焼結することにより、図6に示すように、ベアリング素球90が得られる。



【0039】成形核体50は、図3(a)に示す成形核体50aのように、アルミナ粉末を主体に構成することが、最終的に得られるアルミナボール90に対し核体が不純物源として作用しにくいので望ましい。しかしながら、核体成分の拡散が得られるアルミナボール90の表層部にまで及ぶ懸念のない場合は、核体を、アルミナ粉末とは別材質のセラミック粉末により構成したり、あるいは、図3(d)(e)に示すように、金属核体50dやガラス核体50e等としたりすることも可能である。また、焼成時に熱分解あるいは蒸発により消滅する材質、例えばワックスや樹脂等の高分子材料にて核体を形成することも可能である。成形核体は、例えば図3(b)あるいは(c)に示すように球状以外の形状としてもよいが、(a)に示すように、球状のものを使用することが、得られる成形体の球形度を高める上で望ましいことはいくまでもない。

【0040】成形核体の製造方法は特に限定されないが、例えば図4に示すような種々の方式を採用できる。まず、(a)に示す方法は、アルミナ粉末60を、ダイ51a及びプレスパンチ51b、51b(もちろん他の圧縮方法でもよい)により圧縮成形して核体50を得る方法である。また、(b)は、粉末を溶融した熱可塑性バインダーに分散させて溶融コンパウンド63とし、これを噴霧凝固させて球状の核体50を得る方法である。

(c)は、溶融コンパウンド63を射出金型の球状のキャビティに射出して、球状の核体50を成形する方法である。さらに、(e)では、溶融コンパウンド63をノズルから自由落下させて表面張力により球状とし、空气中で冷却固化させることにより核体50を得る方法である。また、原料粉末とモノマー(あるいはプレポリマー)及び分散溶媒からなるスラリーを、該スラリーと混和しない液体中に液滴として分散させ、その状態でモノマーあるいはプレポリマーを重合させることにより球状成形体を得、これを核体とする方法もある一方、図2においてアルミナ粉末10のみを造粒容器132内に投入して、成形体成長時よりも低速にて容器を回転させることにより粉末の凝集体を生成させ、十分な量及び大きさの凝集体が生じたら、その後容器132の回転速度を上げて、その凝集体を核体50として利用する形で成形体80の成長を行ってもよい。この場合は、上記のように別工程にて製造した核体を、取ってアルミナ粉末10とともに容器132内に投入する必要はなくなる。

【0041】前記のようにして得られる成形核体50は、多少の外力が作用しても崩壊せずに安定して形状を保つことができる。その結果、図5(a)に示すようにアルミナ粉末層10k上で転がった際にも、自重による反作用を確実に受けとめることができる。また、図5(e)に示すように、転がった時に巻き込んだ粉末粒子を表面にしっかりと押しつけることができるので、粉末が適度に圧縮されて密度の高い凝集層10aを成長でき

るものと考えられる。なお、核体を使用せずに転動造粒を行なうことも可能である。この場合、図5(d)に示すように、核体に相当する凝集体100は、成形初期の段階においては凝集度がやや低く軟弱なため、欠陥発生等につながらないように、容器の回転速度を多少落とすことが得策である。

【0042】なお、核体50の寸法は最小限40 $\mu$ m程度(望ましくは80 $\mu$ m程度)確保されているのがよい。核体50があまりに小さすぎると、凝集層10aの成長が不完全となる場合がある。また、核体が大きすぎると、形成される凝集層の厚さが不足し、焼結体に欠陥等が生じやすくなる場合があるので、その寸法を例えば1mm以下に設定するのがよい。

【0043】成形核体はアルミナ粉末を、アルミナ粉末のかさ密度(例えば、JIS-Z2504(1979)に規定された見かけ密度)よりは高密度に凝集させた凝集体を使用することが、粉末粒子の押しつけ力を確実に受けとめて、凝集層10aの成長を促す上で望ましい。具体的には、アルミナ粉末のかさ密度の1.5倍以上に凝集させたものを使用するのがよい。この場合、アルミナ粉末層10k上での転がり衝撃により崩壊しない程度に凝集していれば十分である。

【0044】なお、より安定した成形体の成長を行なうためには、核体50の寸法は得るべき成形体の寸法に応じて次のように設定することが望ましい。すなわち、図5(b)に示すように、成形核体50の寸法を、これと同体積の球体の直径 $d_c$ にて表す一方、(もちろん、核体50が球状である場合には、その直径がここでいう寸法そのものに相当する)、最終的に得られる球状成形体の直径を $d_g$ として、 $d_c$ が、 $d_c/d_g$ が $1/100 \sim 1/2$ を満足するように設定する。 $d_c/d_g$ が $1/100$ 未満では、核体が小さすぎて凝集層10aの成長が不完全となったり、欠陥の多いものしか得られなくなったりする懸念が生ずる。他方、 $1/2$ を超えると、例えば核体50の密度がそれほど高くない場合には、得られる焼結体の強度が不足する場合がある。なお、 $d_c/d_g$ は、望ましくは $1/50 \sim 1/5$ 、より望ましくは $1/20 \sim 1/10$ の範囲にて調整するのがよい。また、成形核体の寸法 $d_c$ は、アルミナ粉末の平均粒径を尺度として見た場合は、その平均粒径の20~200倍に設定するのがよい。また、該寸法 $d_c$ の絶対値は、例えば50~500 $\mu$ mに調整するのがよい。

【0045】例えば、成形体80を後述の方法により焼成すれば高純度アルミナ素球を得ることができる。アルミナの焼成は従来HIPで行われることも多かったが、転動造粒法で製造した成形体は相対密度が61%以上に高められ、かつ均一に粉末が付着・凝集していることから、局所的に大きな空隙等が極めて生じにくく、常圧焼結を用いても十分な高密度化を計ることができる。この場合、常圧焼結の雰囲気としては大気、真空あるいは不

活性ガス雰囲気を用いることができ、焼成温度は1400~1700℃、望ましくは1500~1600℃の範囲で設定する。しかし、HIP法を用いることももちろん可能であり、この場合は焼成を1000~2000気圧の不活性ガス雰囲気中にて、温度1400~1700℃、望ましくは1500~1600℃の範囲で行なうことができる。この場合、常圧焼結により相対密度を95%以上に高めた予備成形体を作り、さらにHIPを行なう二段焼成を行なうことが、高密度化及び最大空隙寸法の縮小を図る上で有効である。

【0046】焼結により得られたアルミナ素球は、前述の転動造粒法により相対密度を61%以上に高めた成形体を用いることで、焼結後の相対密度が97%以上となる。また、焼結体組織断面において観察される結晶粒子の平均径は2~5 $\mu\text{m}$ 、望ましくは2~3 $\mu\text{m}$ 程度である。さらに、ボールの中心を通る研磨断面においてボール表面から半径方向に厚さ50 $\mu\text{m}$ までの表層部領域に形成される最大の空隙の寸法が、常圧焼結で10 $\mu\text{m}$ 以下、HIPを用いればさらに縮小して5 $\mu\text{m}$ 以下とすることができる。この素球に、寸法調整のための粗研磨を経た後に、固定砥粒を用いて精密研磨することにより、本発明のアルミナボールが得られる。該アルミナボールは、その研磨面にて観察される寸法1 $\mu\text{m}$ 以上の欠陥の累積面積率は20%以下、望ましくは10%以下、同じく $2.5 \times 10^{-3} \text{ mm}^2$ 当りの欠陥の平均形成個数は1000個以下とすることができる。また、研磨面の算術平均粗さRaを0.012 $\mu\text{m}$ 以下とすることができ、その真球度は0.08 $\mu\text{m}$ 以下に確保できる。このような研磨面精度を確保するためには、特に、HIP法を採用することが有効である。さらに、直径不同は0.10 $\mu\text{m}$ 以下に確保することが可能である。

【0047】なお、転動造粒法により得られた球状成形体80を焼成して得られる素球90は、図6に示すように、略中心を通る断面を研磨してこれを拡大観察したときに、その中心部に、成形核体由来の核部91が、凝集層由来の高密度で欠陥の少ない外層部92との間で識別可能に形成されることとなる。研磨された断面において、この核部91は、外側部との間に明るさ及び色調の少なくともいずれかにおいて目視識別可能なコントラストを呈することが多い。これは、外層部92を構成するアルミナの密度 $\rho_e$ が、核部91を構成するアルミナの密度 $\rho_c$ と異なるためであると推測される。例えば、成形核体50(図5)が凝集層10aよりも低密度の場合は、外層部92を構成するアルミナの密度 $\rho_e$ が、核部91を構成するアルミナの密度 $\rho_c$ よりも高密度となることが多く、外層部92は核部91よりも明るい色調で表れる。なお、外層部92の相対密度は、アルミナの強度や耐久性確保の観点から、99%以上、望ましくは99.5%以上となっているのがよい。いずれにせよ、研磨断面に上記のような組織の現われる焼結体構

造とすることで、ベアリング等の性能向上の鍵を握る外層部92の欠陥形成割合が小さく(例えば、ボアが確認されない程度)、高密度で強度の高い球状高純度アルミナ焼結体を実現される。ただし、焼結体は、焼成が均一に進行した場合には、表層部から中心部半径方向において、ほぼ一様な密度を呈するものとなる場合もある。また、核部と外層部との間に色調や明度の差異が生じていても、密度の上ではほとんど差を生じていない、といったこともあり得る。さらに、焼結がさらに均一に進行した場合には、核部91あるいは外層部92における同心的なコントラストを目視により確認することが困難な場合もある。

【0048】なお、図5(b)に示すように、成形核体50の直径を $d_c$ 、焼成により得られた素球の直径を $d_g$ として、 $d_c/d_g$ が $1/100 \sim 1/2$ (望ましくは $1/50 \sim 1/5$ 、より望ましくは $1/20 \sim 1/5$ )の範囲にて調整される場合、図6において焼結体90の断面は、核部91(核体として、焼成時に熱分解あるいは蒸発により消滅する材質、例えばワックスや樹脂、高分子材料にて構成されたものを使用した場合には、核部91は空隙部となる)の寸法をこれと同面積の円の直径 $D_c$ にて表す一方、アルミナ焼結体の直径を $D_g$ としたときに、 $D_c/D_g$ が $1/100 \sim 1/2$ (望ましくは $1/50 \sim 1/5$ 、より望ましくは $1/20 \sim 1/10$ )を満足する組織を呈するようになる。 $D_c/D_g$ が $1/50$ 未満では、外層部92のもととなる凝集層10a(図11)に欠陥が生じやすくなり、強度不足等につながる場合がある。他方、 $1/5$ を超えると、例えば核体50の密度がそれほど高くない場合には、焼結体の強度が不足する場合がある。なお、 $D_c/D_g$ は、より望ましくは $1/20 \sim 1/10$ の範囲にて調整するのがよい。

【0049】素球90において核部91と外層部92との間に目視識別可能なコントラストが生ずる状態として、例えば、明るさあるいは色調の差異が球の半径方向に形成され、周方向には形成されていない状態を例示できる。具体的な態様として、研磨された断面において外側部に、核部91を取り囲む層状パターンが同心的に形成されている場合がある。これは、転動造粒法を採用した場合に見られる特徴的な組織(当然に、研磨後のアルミナボールにも引き継がれる)の一つであるが、形成原因は以下のように推測できる。すなわち、図5(a)に示すように成形体80は、アルミナ粉末層10k上を転がりながら凝集層10aを成長させてゆくが、転動造粒の継続中において、成形体80は常にアルミナ粉末層10k上に存在するのではない。すなわち、図7に示すように、造粒容器132の回転に伴う粉末の雪崩的な流動により、アルミナ粉末層10kの下側までくるとアルミナ粉末層10k内に潜り込み、造粒容器の壁面に連れ上げられてアルミナ粉末層10kの上側へ運ばれ、再びアルミナ粉末層10k上で転がり落ちる。アルミナ粉末層

15

10k内へ潜り込んだときは、周囲を粉末にて押さえ込まれ、転がり落下による衝撃が比較的加わりにくくなって、粉末粒子は比較的ゆるく付着する。これに対し、アルミナ粉末層10k上で転がる際には、転がり落下による衝撃が加わるほか、水分等の液状噴霧媒体Wの噴霧も受けやすく、粉末は堅く締まり易くなる。そして、アルミナ粉末層10k上での転がり、アルミナ粉末層10k内への潜り込みとが周期的に繰り返されることにより粉末の付着形態も周期的に変化するので、付着する粒子による凝集層10aには半径方向の疎密が生じ、これが焼成後にも微妙な密度等の差となって表れる結果、層状パターン93が形成されるものと考えられる(疎密の差異が非常に小さい場合は、実際に粗密が生じていることを、通常の密度測定の精度レベルでは確認できないこともあり得る)。例えば、上記の層状パターン93は、同心円弧状部分と、それよりも高密度の残余部分とが半径方向に交互に積層することにより形成されたものになると考えられる。

【0050】図13に示すように、上記のようにして得られた高純度アルミナボール43は、例えば金属あるいはセラミック製の内輪42及び外輪41の間に組み込めば、ラジアル型のボールベアリング40が得られる。ボールベアリング40の内輪42内面に軸SHを固定すれば、セラミックボール43は、外輪41または内輪42に対して回転又は摺動可能に保持される。高純度アルミナボール43は、その純度を99.9質量%以上とすることで、その耐久性を大幅に向上させることができる。その結果、ボールベアリング40の寿命を向上させることができる。

【0051】次に、図14は、上記のようにして得られた高純度アルミナボールをチェックバルブに適用した例を示すものである。このチェックバルブ200は、バルブ本体241内に流体(例えば液体)の入口部242と、通路本体244と、さらに出口部245とがこの順序で形成されており、全体として流体通路を形成している。高純度アルミナボール243は、通路本体244内に配置されている。通路本体244は高純度アルミナボールよりも大きな内径を有する円筒面状の内面を有し、その軸線方向にボール243が往復動可能となっている。他方、通路本体244に連通する入口部242は、通路本体244よりも小径の円筒面状に形成され、その連通側の開口内縁はテーパ状の座面242aとされている。他方、出口部245は、高純度アルミナボール243の流体流通方向への移動を阻止するストッパ部245a(ここでは、テーパ状の縮径部)を有するとともに、ストッパ部245aに止められた高純度アルミナボール243との間に、流体の流通を許容するための空隙246が形成されるようになっている。なお、高純度アルミナボール243は、ベアリング用高純度アルミナボールほど表面の仕上げ精度は要求されないことから、焼結後

16

未研磨のものあるいは寸法調整用の簡易な研磨加工を施した状態のものが使用される。

【0052】上記チェックバルブ200は、入口部242側から出口部245側に向けて流体が流れる場合は、高純度アルミナボール243が出口部245側に向けて移動するが、ストッパ部245aに止められるので、隙間246を介して流体の流通が許容される。他方、出口部245側から入口部242側に向けて流体が逆流しようとした場合は、高純度アルミナボール243は入口部242側に押し戻され、座面242aにおいて入口部242を塞ぐので、液体の流通が阻止される。

【0053】高純度アルミナボール243として、純度を99.9質量%以上とした本発明の高純度アルミナボールを使用することで耐久性に優れ、ビンや缶などに飲料を充填する設備など、高速高頻度で作動するチェックバルブに適用した場合でも、その寿命を長期にわたって維持することができる。

【0054】次に、図10(a)は、本発明のアルミナ焼結体により構成された半導体ウェハ基板の保持治具の一例を示している。治具350を構成するアルミナ焼結体は、アルミナの純度が99.9質量%以上に設定される。

【0055】該治具350は偏平円筒形状に形成され、その一方の端面355側にウェハ基板を装着するためのウェハ装着凹部351が形成されている。また、治具350の他方の端面356側には位置決め用凹部352が形成されており、さらに両凹部351及び352をつなぐように貫通孔353が形成されている。そして、位置決め用凹部352と貫通孔353とは、半導体処理装置内の装着面P上に形成された嵌合凸部Fと嵌合することで、治具350を装着面P上の所定位置に位置決めする役割を果たす。なお、治具350を装着面Pに対し安定に固定するために、該治具350の位置決め用凹部352が形成された端面側には、外側に張り出すようにフランジ部354が形成されている。

【0056】治具350の両端面355及び356には、両者がほぼ平行となるように研削加工が施されている。さらに、外周面357、358と、ウェハ装着凹部351、貫通孔353及び位置決め用凹部352の各内面も含め、治具350の全面に研削加工が施されている。なお、治具350の表面の一部のもの、例えば外周面357、358等の研削を省略することも可能である。

【0057】上述のような治具350は、例えば以下のような方法により製造することができる。すなわち、

(A) 純度99.99%であって、90%粒子径が1.96 $\mu$ m、50%粒子径が0.68 $\mu$ m、10%粒子径が0.32 $\mu$ m、BET比表面積値が11.0である高純度アルミナ粉末、及び、(B) 純度99.9%であって、90%粒子径が2.53 $\mu$ m、50%粒子径が0.

80 $\mu$ m、10%粒子径が0.36 $\mu$ m、BET比表面積値が7.0である高純度アルミナ粉末（尚、（A）、（B）アルミナ粉末ともに、不純物成分として、Si成分は10ppm未満、Na成分は5ppm未満、Mg成分は1ppm未満、Fe成分は8ppm未満である）をそれぞれ治具350の形状に成形して、温度1400～1700℃で2～10hr焼成することにより焼結体を作成する。なお、成形方法としては、金型プレス法に続いて冷間静水圧プレス（CIP）法を施し、成形体の相対密度を61%に高める形に行なう。また、焼結方法としては、焼結炉を用いた一般の焼結法他、ホットプレス法、熱間静水圧プレス（HIP）法を採用することができる。

【0058】こうして得られた焼結体には、寸法調整及び表面仕上げのための砥石研削が施されて、最終的な治具350とされる。研削方法は公知の方法を採用でき、例えば両端面355及び356には平面研削盤による研削を、外周面357、358には円筒研削盤による研削を、凹部351、352及び貫通孔353の内周面には内面研削盤による研削をそれぞれ施すことができる。

【0059】図10（b）は、本発明の高純度アルミナ焼結体部品の別の例としての真空チャック用保持板を示している。該保持板360は、板厚方向に多数の吸引孔361が形成されており、図示しない吸引ボックスに装着して該ボックス内を減圧することにより、各吸引孔361において被保持物を吸引・保持するものである。これは、例えば次によりして製造することができる。まず、上記（A）または（B）のアルミナ粉末をそれぞれ成形してグリーンシートを作り、そのシートを所定形状に切断するとともに、吸引孔361となるべき多数の貫通孔を孔設して、これを焼成する。次いで、得られた焼結体の、少なくともその吸引保持面に予定された面に研削加工が施されて上記保持板360となる。なお、孔径が十分大きければ、各吸引孔361の内面も、外周面が砥石面とされた線状の砥石等を挿入して、これを軸線周りに回転させることで研削することが可能である。また、図10（c）は、本発明のアルミナ焼結体によりセラミックシールリングを形成した例を示している。

【0060】上記いずれの治具においても、高温かつ腐食性の雰囲気下に処理されることから、治具もそれに対応できるだけの強度及び耐食性を備えていなければならない。上記本実施例の高純度アルミナ焼結体部品は、そのような要求に十分対応可能である。

【0061】また、本発明の高純度アルミナ焼結体は、絶縁碍子にも適用することができる。図8は、その一例を示している。碍子400はいわゆるクレビス型懸垂碍子と呼ばれるものであり、硬質磁器402を可鍛鋳鉄や炭素鋼等で構成されたキャップ404とピン401とにより挟み、セメント層403、403でこれらを接着した構造を有する。硬質磁器402が本発明の高純度アル

ミナ焼結体で構成される。上記構造の碍子400では、キャップ404の上部が耳金405とされており、ここに他の碍子のピンを差し込んでコックボルト406にて連結できるようになっている。

【0062】あるいは、図9（a）に示すように、中実ひだ付磁器棒501の両端に連結用の金具502を装着した長幹碍子500にも適用可能である。中実ひだ付磁器棒501が本発明の高純度アルミナ焼結体で構成される。さらに、図9（b）に示すようなラインポスト碍子、耐露碍子等にも適用可能である。

【0063】次に、上記実施例で得られた高純度アルミナボールの純度をICP法にて分析し、高純度アルミナボールのアルミナ純度と耐食性の関係を調べるために、JISR1614（1993）に記載された方法により、硫酸及び水酸化ナトリウム水溶液中における各アルミナボールの腐食の程度を調べた。以上の試験結果を表1に示す。本発明の実施例の高純度アルミナボール及びアルミナ焼結体（試料番号（A）及び（B））は、いずれも良好な耐食性を示し、JIS：R1614のH2SO4とNaOHの腐食減量がともに $100 \times 10^{-4}$  g/m<sup>2</sup>以下である。これに対し、比較例のアルミナボール（試料番号（C）、（D）、及び（E））は耐食性が劣っていることが分かる。

【0064】この結果、アルミナ純度が99.9質量%以上では、酸及びアルカリに対する耐食性が顕著に向上していることがわかる。特に、不純物成分として、Si成分、Na成分、Mg成分、及びFe成分の合計量が100未満であることが耐食性を向上させていることがわかる。また、アルカリ金属成分Naが30ppm未満であると特に耐食性に優れている。

【図面の簡単な説明】

【図1】転動造粒の工程説明図。

【図2】図2に続く工程説明図。

【図3】成形核体をいくつか例示して示す説明図。

【図4】成形核体の製造方法をいくつか例示して示す説明図。

【図5】転動造粒成形工程の進行過程を説明する図。

【図6】転動造粒法により製造された球状セラミック焼結体の断面構造を示す模式図。

【図7】相対累積度数の概念を示す説明図。

【図8】本発明の高純度アルミナ焼結体を用いた絶縁碍子を示す半断面図。

【図9】本発明の高純度アルミナ焼結体を用いた他の絶縁碍子の例を示す正面図

【図10】本発明の高純度アルミナ焼結体により製造される半導体ウェハ基板の保持治具を示す模式図。

【図11】一次粒子径と二次粒子径との概念を説明する図。

【図12】結晶粒子の寸法の定義を示す説明図。

【図13】本発明の高純度アルミナボールを用いたボー

19

ルベアリングの模式図。

【図14】チェックバルブの一例を示す側面断面図及び正面図。

【図15】空隙の寸法dの定義を示す説明図。

【符号の説明】

20

40, 116, 118 ボールベアリング

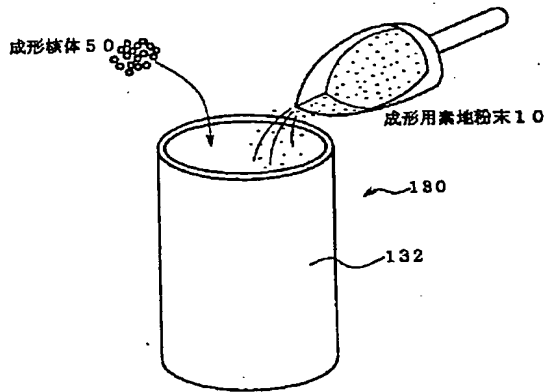
43, 243 高純度アルミナボール

200 チェックバルブ

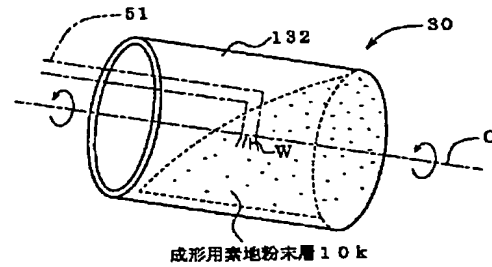
350 半導体ウェハ基板の保持治具

400, 500 絶縁碍子

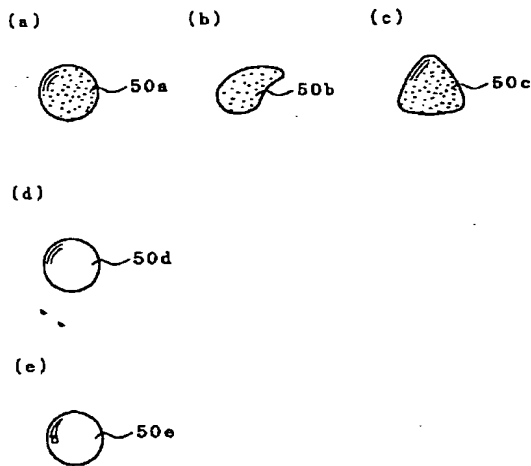
【図1】



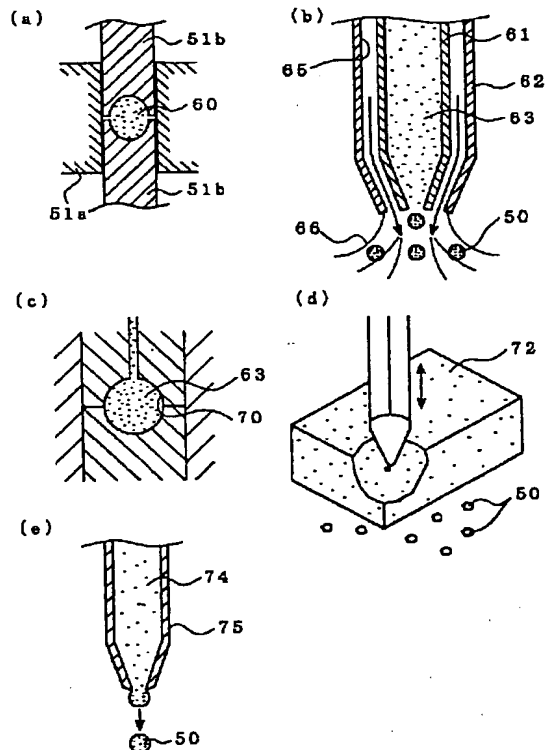
【図2】



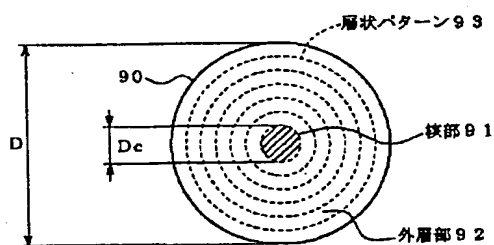
【図3】



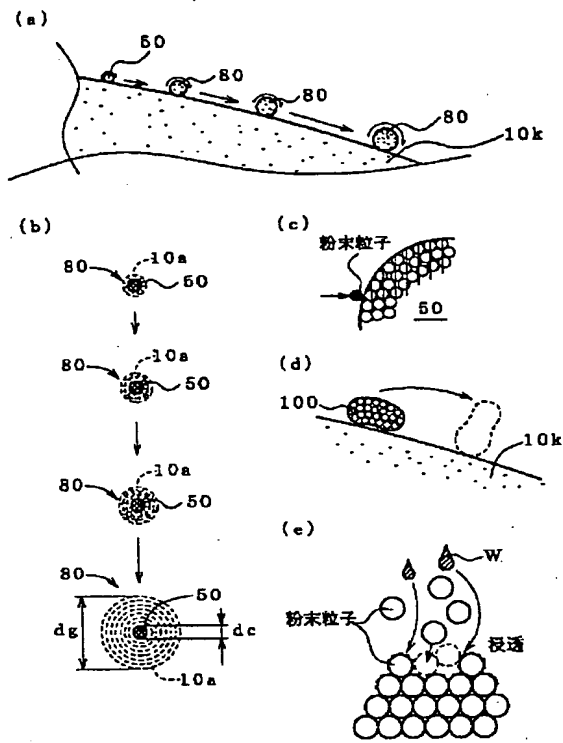
【図4】



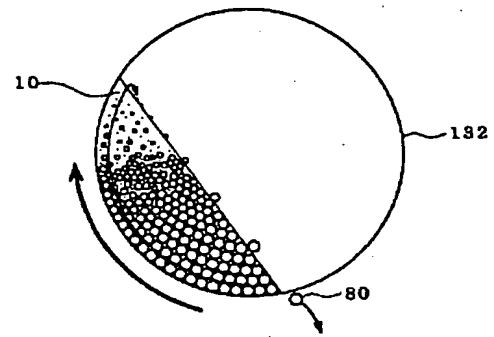
【図6】



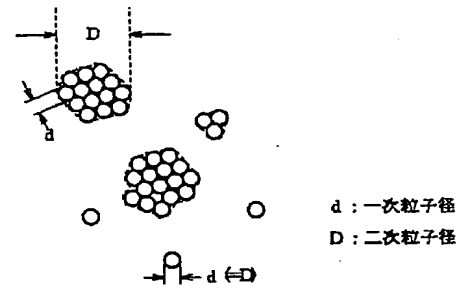
【図5】



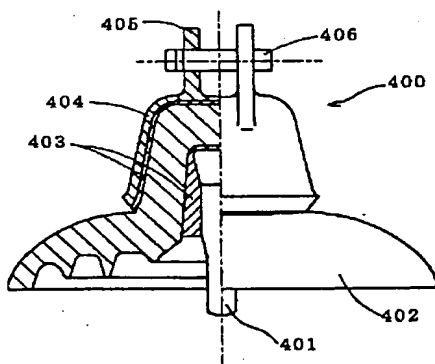
【図7】



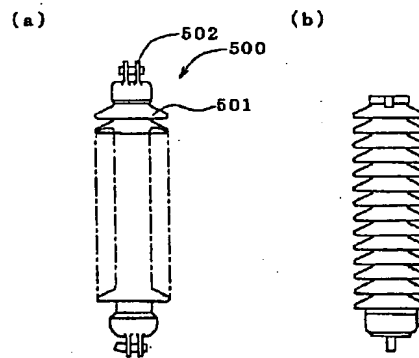
【図11】



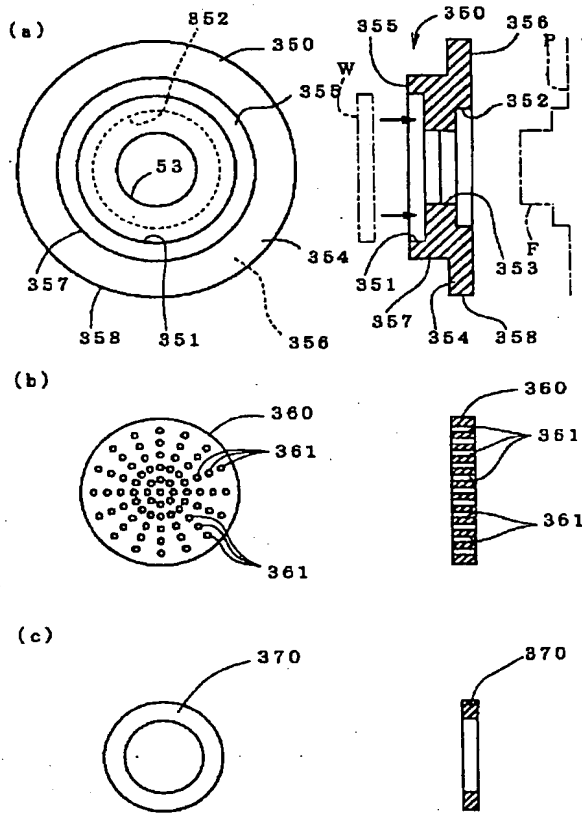
【図8】



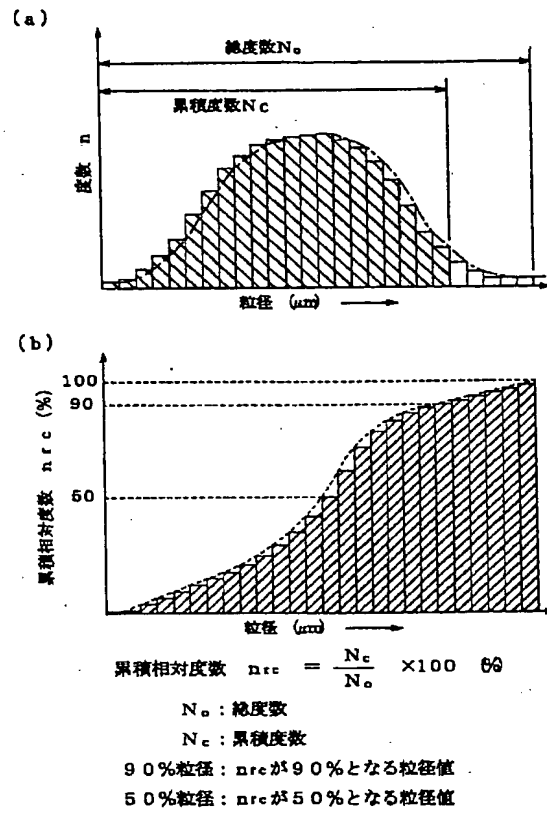
【図9】



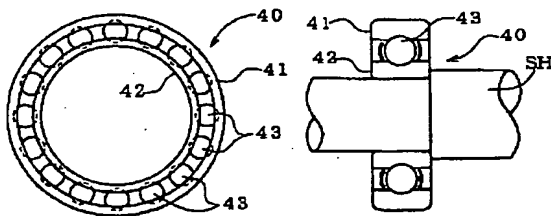
【図10】



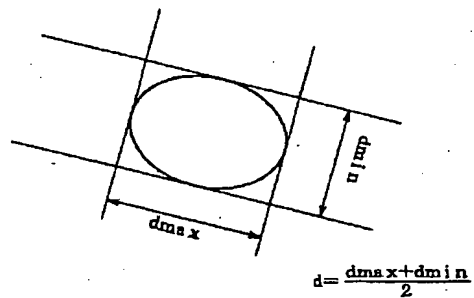
【図12】



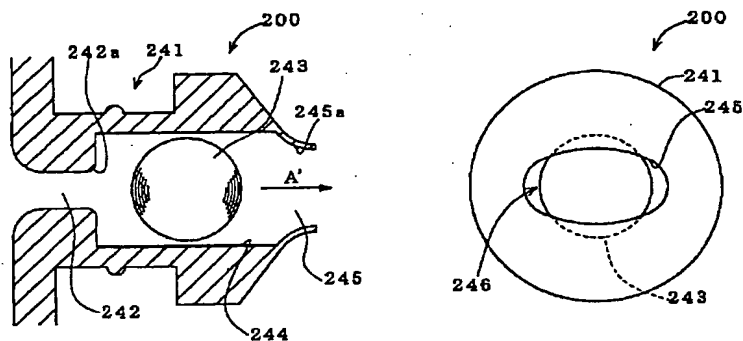
【図13】



【図15】



【図14】



フロントページの続き

Fターム(参考) 3J101 AA02 AA41 AA51 AA62 BA10  
EA42 EA75 FA08 GA55  
4G030 AA02 AA03 AA04 AA07 AA27  
AA36 AA37 BA12 BA19 GA05  
GA09  
5G331 AA01 AA03 AA05 BB30 BC09  
CA01